

WYBRANE METODY FIZYCZNE W BADANIACH ZMIAN STRUKTURY MATERIAŁÓW

Grzegorz Gładyszewski

Abstract

The paper presents selected physical methods for studying the structure of materials that may be useful as supporting studies in the process of explaining the causes of the crash of the Tu-154M over Smolensk. Particular attention is paid to methods that enable studying the structure changes.

Keywords - Methodology, optical microscopy, electron microscopy, atomic force microscopy, X-ray diffraction .

Streszczenie

W pracy przedstawiono wybrane fizyczne metody badania struktury materiałów, które mogą być przydatne w badaniach materiałowych, wspomagających proces wyjaśniania przyczyn katastrofy samolotu Tu-154M nad Smoleńskiem. Szczególną uwagę zwrócono na metody umożliwiające badanie zmian strukturalnych.

Słowa kluczowe – Metodologia, mikroskopia optyczna, mikroskopia elektronowa, mikroskopia sił atomowych, dyfrakcja rentgenowska.

1. METODY PROWADZENIA BADAŃ NAUKOWYCH

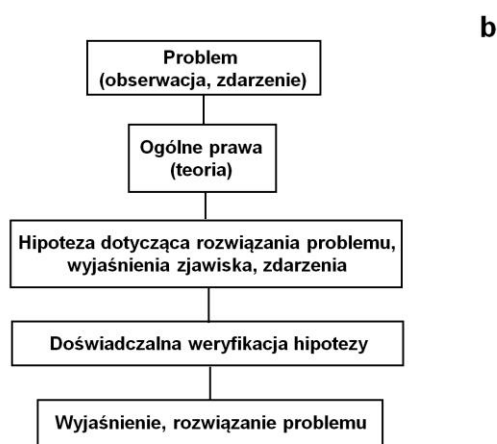
Każde zjawisko fizyczne może i powinno być badane metodami naukowymi. Istotnym jest, by prowadzący badania przestrzegał podstawowych zasad i procedur, które dla każdego przedstawiciela nauk fizycznych, technicznych, przyrodniczych wyznaczone są przez wymagania metodologii prowadzenia badań naukowych.

Warto przypomnieć, że wyróżniamy dwie, zasadnicze metody badania zjawisk fizycznych:

- metodę modelową oraz
- metodę fenomenologiczną.

Prosty schemat tych metod przedstawiony na Rys. 1 uwidacznia różnice między procedurami.

Stosując metodę fenomenologiczną (inaczej empiryczną) rozpoczynamy od postawienia problemu (pytania), którego źródłem jest zaobserwowane zdarzenie, rzadziej przewidywanie teoretyczne. Wykonanie szeregu doświadczeń umożliwia zbadanie zależności między wielkościami fizycznymi, istotnymi dla obserwowanego zdarzenia. Na podstawie tych doświadczeń możemy ustalić zależność ilościową wiążącą badane wielkości fizyczne, którą traktujemy jako wniosek z przeprowadzonych eksperymentów. Ważnym etapem tej metody jest uogólnienie wniosków doświadczalnych prowadzące do sformułowania prawa fenomenologicznego, a więc wyjaśnienia zaobserwowanego zjawiska (zdarzenia).



Rys. 1. Metody prowadzenia badań naukowych w naukach fizycznych: (a) - metoda fenomenologiczna (empiryczna), (b) - metoda modelowa.

Charakterystyczną dla metody fenomenologicznej jest indukcyjna droga rozumowania (wnioskowanie przez uogólnianie – „od szczegółu do ogółu”).

Przykładem zastosowania metody fenomenologicznej badań może być praca Fabianowskiego i Jaworskiego [1], opublikowana w materiałach konferencyjnych I Konferencji Smoleńskiej. Autorzy przeprowadzili wstępną analizę materiałową próbek pobranych z miejsca katastrofy, stosując metody doświadczalne - analizę obrazów elektronicznej mikroskopii skaningowej (SEM),

identyfikację pierwiastków metodami spektroskopii rentgenowskiej z dyspersją energii (EDS) oraz fluorescencyjnej spektroskopii rentgenowskiej z dyspersją długości fali (XRF).

Decydując się na zastosowanie metody modelowej prowadzenia badań, rozpoczynamy od określenia tego samego problemu (pytania, zaobserwowanego zdarzenia). Następnym krokiem jest już jednak postawienie hipotezy dotyczącej ilościowej zależności między wielkościami fizycznymi, co dokonywane jest w oparciu o ogólne prawa i teorie wcześniej opracowane, a dotyczące zbliżonej klasy zjawisk. Postawiona hipoteza wymaga weryfikacji. Tę weryfikację przeprowadza się doświadczalnie sprawdzając stosowność postulowanej zależności ilościowej. Efektem jest sformułowanie ilościowego prawa teoretycznego, a więc również wyjaśnienie zaobserwowanego zjawiska (zdarzenia). Charakterystyczną cechą metody modelowej jest dedukcyjna droga rozumowania (wnioskowanie dedukcyjne).

Przedstawiony powyżej opis podstaw metodologii prowadzenia badań wydaje się oczywisty, a wielu spośród uczestników konferencji zapewne rozpoczyna swoje kursowe wykłady dla studentów właśnie od przedstawienia zagadnień dotyczących metod badawczych. Jednakże przypomnienie tego elementarza badacza wydaje się niezbędne, szczególnie w sytuacji widocznego braku zrozumienia tych, wydawałoby się podstawowych zasad badania zdarzeń, wśród wielu osób odpowiedzialnych za prowadzenie badań związanych z katastrofą samolotu nad Smoleńskiem.

Przywołując przedstawione powyżej schematy widzimy jasno, że możliwości zastosowania metody fenomenologicznej badań w tym przypadku są wciąż bardzo ograniczone. Brak dostępu do materiału badawczego w sposób naturalny skierował aktywność naukową wielu badaczy na zastosowanie metody modelowej. Podczas I Konferencji Smoleńskiej, która odbyła się 22 października 2012 roku w Warszawie, zaprezentowano osiemnaście referatów naukowych, z których dwie trzecie oparto o zastosowanie metody modelowej, a zaledwie kilka można uznać za opracowania wyników badań uzyskanych w oparciu o metodę empiryczną.

Jednak bez względu na wybraną metodę prowadzenia badań naukowych, nie da się w żadnym przypadku uniknąć konieczności przeprowadzenia eksperymentów, gdyż w obu drogach dochodzenia do wyjaśnienia zjawiska (zdarzenia) to właśnie eksperyment odgrywa najistotniejszą rolę – w metodzie empirycznej na etapie wstępnym badań, zaś w metodzie modelowej, jako sposób weryfikacji postawionej hipotezy.

Należy także przypomnieć jeszcze jeden aspekt metodologii prowadzenia badań naukowych, rozstrzygający o tym, czy postawiona hipoteza może być uznana za hipotezę w rozumieniu naukowym. Otóż nawet wtedy, gdy inni naukowcy, obserwatorzy nie zgadzają się z postawioną hipotezą, nie mogą jej dyskredytować jako „nienaukowej”, jeśli spełnia ona jeden, bardzo ważny warunek, tzw. kryterium falsyfikowalności hipotezy [2]. Tak więc, jeśli słuszność danej hipotezy może być zweryfikowana, obalona metodami naukowymi, to hipoteza taka jest hipotezą postawioną w sensie metodologicznym w sposób poprawny. Za przykład może posłużyć hipoteza postawiona przez Biniendę [3], dotycząca problemu uderzenia skrzydła w brzozę. W swoich badaniach Binienda posłużył się metodą

modelową prowadzenia badań wychodząc z ogólnych praw obowiązujących w mechanice, a postawiona przez niego hipoteza mówiąca, że w zderzeniu skrzydła samolotu Tu-154M, w opisanych w raportach warunkach, złamaniu musiałaby ulec brzoza, zaś skrzydło samolotu nie powinno zostać zniszczone w sposób na tyle istotny, by doprowadziło to do oderwania jego części, jest hipotezą spełniająca kryterium falsyfikowalności, a więc postawioną zgodnie z metodologią prowadzenia badań naukowych. Istnieją bowiem metody naukowe, pozwalające na jej zweryfikowanie, także negatywne. Autorowi nie są jednak znane żadne inne badania, które by - w sposób naukowy - negatywnie zweryfikowały wyżej wspomnianą hipotezę.

Należy podkreślić, że dopiero połączenie szerokiego spektrum badań, prowadzonych różnymi metodami badawczymi i naukowa krytyka ich wyników (z naciskiem na słowo *naukowa*) może doprowadzić do rozwiązania problemu badawczego, jakim w tym przypadku jest wyjaśnienie przyczyn katastrofy.

2. WYBRANE FIZYCZNE METODY BADAWCZE

2.1. Uwagi ogólne

Fizyka dysponuje bardzo dużą liczbą metod oraz urządzeń stosowanych w badaniach materiałów, określaniu ich składu, właściwości mechanicznych, elektrycznych, magnetycznych, optycznych, termodynamicznych.

Opisując stosowane, doświadczalne metody badawcze bardzo trudno jest dokonać podziału, np. na metody fizyczne i metody chemiczne. Zarówno w naukach chemicznych, jak i fizycznych, a także w biologicznych i medycznych stosuje się bowiem często te same metody. Dość wspomnieć, że z rozwojem znanej i popularnej metody badania materiałów - spektroskopii jądrowego rezonansu magnetycznego (NMR) - związanych jest pięć przyznanych nagród Nobla, z czego dwie z fizyki, dwie z chemii i jedna w medycynie. Spektroskopia NMR [4], wspomniane wcześniej spektroskopie rentgenowskie EDS [5] i XRF [6], uzupełnione innymi metodami, np. spektrometrią mas (MS) [7] mogą z powodzeniem być wykorzystane w badaniu próbek materiałów (głównie ich składu) pochodzących z miejsca katastrofy.

Dokonyując jednakże wyboru metod fizycznych, które mogą najefektywniej wspomóc prowadzenie badań przyczyn katastrofy, należy wskazać na metody badania struktury, a także - co w tym przypadku bardzo istotne - zmian struktury, zachodzących na skutek działania sił o różnym charakterze, źródle. Metody te powinny być uwzględnione w badaniach prowadzonych w ramach realizacji projektów badawczych, gdy dostępny już będzie obiekt badań.

W dalszej części pracy omówione zostaną wybrane metody badania struktury materiałów z uwzględnieniem różnej skali odwzorowania i granic rozdzielczości charakterystycznych dla danej grupy metod.

2.2. Metody optyczne - wykorzystanie dokumentacji fotograficznej oraz mikroskopia optyczna.

Zakładając, że przez kilka dni po katastrofie sporządzano rzetelną dokumentację fotograficzną, można spodziewać się, że składa się na nią co najmniej kilkanaście tysięcy zdjęć, wykonanych profesjonalnym sprzętem fotograficznym, pozwalającym każdemu zdjęciu przypisać współrzędne geograficzne oraz dane niezbędne do późniejszej ich

analizy, między innymi do korekty dystorsji obiektywu. Odpowiednia liczba zdjęć umożliwia także późniejszą klasyfikację elementów i dokładne określenie ich położenia zanim zostały przemieszczone lub zniszczone.

Z punktu widzenia badań fizycznych, możliwości zastosowania aparatów cyfrowych są niedoceniane. Standardowe aparaty wyposażone są w matryce światłoczułe o liczbie pikseli dochodzącej do kilkudziesięciu milionów. Pozwalają, bez konieczności stosowania niestandardowych obiektywów, na otrzymanie obrazów w skali 1:1, co przy typowych rozmiarach matryc oznacza, że odległości między dwoma, najbliższymi pikselami matrycy odpowiada odległość rzeczywista rzędu kilku mikrometrów. Pokazuje to, w jak szerokim zakresie skali odwzorowania możliwe jest sporządzenie wartościowej w sensie badawczym dokumentacji fotograficznej.

W warunkach laboratoryjnych możliwe jest zastosowanie mikroskopii optycznej, która również w ostatnich latach przeżywa bardzo intensywny rozwój dzięki nowym technologiom wytwarzania elementów optycznych, ale przede wszystkim za sprawą zastosowania wysokorozdzielczych matryc światłoczułych oraz oprogramowania umożliwiającego szybką i szczegółową interpretację uzyskanych obrazów, w tym obrazów 3D. Klasyczna, dostępna mikroskopia optyczna pozwala na analizę obrazów z rozdzielczością dochodzącą do kilkuset nanometrów (przyjmuje się tzw. granicę rozdzielczości ok. 200 nm). W zależności od rodzaju badanych próbek mamy do dyspozycji mikroskopię kontrastowo-fazową [8], polaryzacyjną [9], interferencyjną [10], konfokalną [11], fluorescencyjną [12].

2.3. Metody mikroskopii elektronowej.

Kolejną grupą fizycznych metod badawczych, które mogą być przydatne w określeniu struktury materiału oraz zmian, jakie w nim następują, stanowią metody mikroskopii elektronowej. O ile w przypadku transmisyjnej mikroskopii elektronowej (TEM) [13] trudno jest przewidzieć, w jakim przypadku mogłaby być wykorzystana (co nie znaczy, że nie będzie), to już w przypadku skaningowej mikroskopii elektronowej (SEM) [14], można z całą pewnością stwierdzić, że należy do jednych z potencjalnie najbardziej przydatnych. Pozwala bowiem na szczegółową obserwację topografii badanej próbki, wszelkich uszkodzeń materiału, przełomów, defektów w bardzo szerokim zakresie - od skali mikrometrycznej do nanometrycznej (powiększenia od ok. 20 do 200 000 razy).

2.4. Mikroskop sił atomowych.

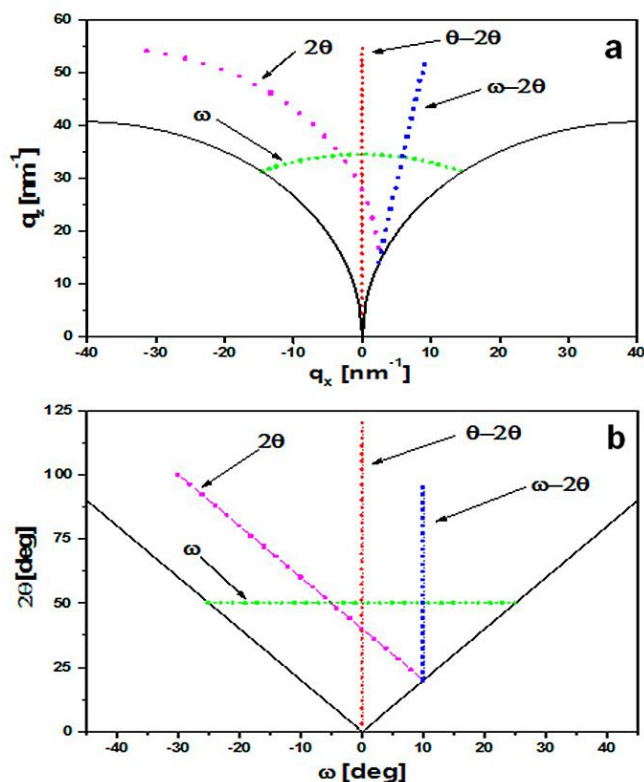
Współczesne mikroskopy sił atomowych (AFM) [15] umożliwiają badanie powierzchni próbek z „atomową dokładnością”, a więc przy granicy rozdzielczości ok. 0,1 nm. Podobnie, jak w przypadku mikroskopii TEM, trudno jest przewidzieć, jakie próbki mogłyby być badane mikroskopem sił atomowych, tym bardziej, że obszar badany w danym pomiarze jest niewielki, zwykle ok. 100 μm x 100 μm . Warto jednak pamiętać, że taka możliwość istnieje.

2.5. Dyfrakcja rentgenowska.

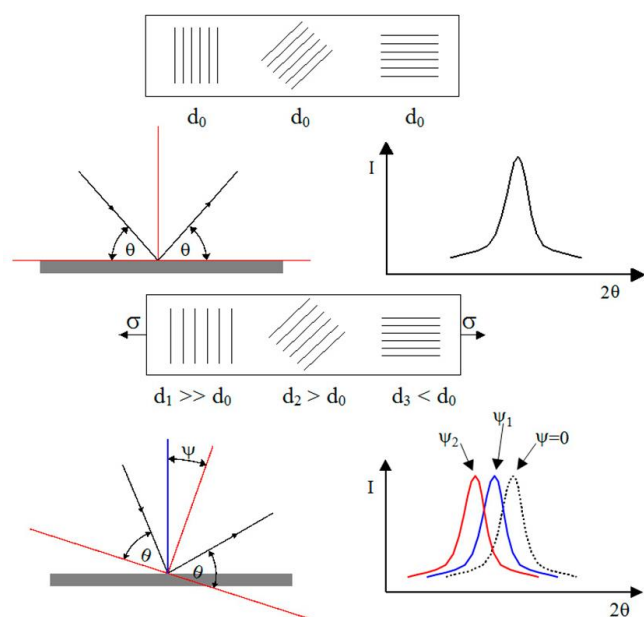
Dyfrakcja rentgenowska [16] jest jedną z najczęściej stosowanych metod w badaniach struktury materiałów [17]. Zaletą tej metody jest fakt, że zalicza się ona do tzw. metod

nieniszczących. Trzeba jednak zastrzec, że wymagane jest przygotowanie próbek odpowiedniej wielkości, tak by sam pomiar był możliwy (zwykle o powierzchni kilku cm^2).

Badania dyfraktometryczne pozwalają na określenie wielkości krystalitów w próbce, jaka jest tekstura materiału, jaki jest jego skład, ale przede wszystkim - jakie są odległości międzypłaszczyznowe w badanych próbkach, a w niektórych przypadkach pozwala na określenie naprężeń występujących w badanym materiale.



Rys. 2. Geometrie pomiarowe dostępne w dyfrakcji rentgenowskiej; (a) - reprezentacja w sieci odwrotnej, (b) - reprezentacja w przestrzeni rzeczywistej kątów ω i 2θ .



Rys. 3. Schematyczne przedstawienie wpływu jednoosiowego naprężenia na położenia wierzchołków w rentgenowskich profilach dyfrakcyjnych (szczegóły w tekście, patrz "metoda $\sin^2\psi$ ").

Typowe geometrie pomiarowe, stosowane w dyfraktometrii rentgenowskiej przedstawione są na Rys. 2. Najczęściej stosowana jest geometria umożliwiająca zmierzenie profili θ - 2θ , czyli tzw. profili zwierciadlanego rozpraszania promieni X. W tym przypadku uzyskuje się informację o strukturze w kierunku prostopadłym do powierzchni próbki (linia czerwona na Rys. 2 a i Rys. 2b).

Spośród innych typów pomiarów, przydatna może się okazać geometria ω - 2θ (linia niebieska na Rys. 2a i Rys. 2b). Jest ona wykorzystywana w metodzie „ $\sin^2\psi$ ”, która schematycznie została zobrazowana na Rys. 3. Tak więc, jeśli w próbce nie występują naprężenia, to odejście od zwierciadlanej geometrii o kąt ψ , nie spowoduje zmiany położenia wierzchołków w profilu dyfrakcyjnym. Jeśli jednak naprężenia w danym kierunku są obecne, to zmieniając kąt ψ i wykonując pomiary ω - 2θ , otrzymamy wierzchołki dyfrakcyjne o zmieniającym się położeniu w profilu dyfrakcyjnym. Metoda „ $\sin^2\psi$ ” pozwala na określenie charakteru tych naprężeń. Metoda może być przydatna szczególnie w przypadku możliwości wykonania pomiarów porównawczych - materiału niepoddanego działaniu dużych sił i materiału, który takiemu działaniu podlegał. O ile jednak przeprowadzenie pomiarów profili dyfrakcyjnych jest stosunkowo proste, to już interpretacja wyników powinna być wsparta wynikami uzyskanymi przy zastosowaniu innych, opisanych wcześniej metod.

3. PODSUMOWANIE

Prowadzenie badań danego zjawiska (zdarzenia) musi podlegać rygorom, jakie narzuca metodologia nauk. Bez względu na to, która metoda badawcza została wybrana, konieczne jest przeprowadzenie szczegółowych badań doświadczalnych. Dotyczy to także procesu wyjaśniania przyczyn katastrofy samolotu Tu-154M nad Smoleńskiem.

Zdając sobie sprawę z wyjątkowości zdarzenia, nie wolno ograniczać badań jedynie do czynności administracyjno-prawnych.

Stawiane hipotezy nie mogą być negowane *a priori*, a jeśli spełniają kryterium falsyfikowalności, muszą być weryfikowane na drodze naukowej.

W pracy przedstawiono tylko niektóre fizyczne metody badania struktury materiałów. Należy zaznaczyć, że nie można dostępnych metod podzielić na metody fizyczne, chemiczne, biologiczne, itp. Zdecydowana większość metod doświadczalnych znajduje bowiem zastosowanie we wszystkich dziedzinach nauk ścisłych i nauk przyrodniczych. W pracy ograniczono się do opisu metod uznawanych za podstawowe narzędzia badawcze fizyki materiałów.

Nie ulega wątpliwości, że poza skrupulatną analizą dokumentacji fotograficznej oraz badaniami mikroskopii optycznej, powinny być wykorzystane także bardziej zaawansowane metody, jak elektronowa mikroskopia skaningowa (SEM) oraz dyfraktometria rentgenowska

(XRD). Nie oznacza to jednak, że przeprowadzone przy użyciu wyżej wymienionych metod badania, same w sobie, doprowadzą do wyjaśnienia przyczyn katastrofy. Należy postrzegać je, jako badania towarzyszące, niosące ze sobą precyzyjne, ścisłe informacje o strukturze badanych elementów oraz o zmianach, jakie w tej strukturze nastąpiły. Tym samym, tworząc bazę niezbędnych danych (wraz z innymi metodami badawczymi) mogą przyczynić się do wyjaśnienia pozaadministracyjnych, pozaprawnych, fizycznych przyczyn katastrofy.

Literatura cytowana

- [1] W. Fabianowski i J. S. Jaworski: „*Wstępna analiza materiałowa próbek 1-5*”, Materiały Konferencyjne I Konferencji Smoleńskiej, 22 października 2012 r., s. 83.
- [2] K. R. Popper: „*Logika odkrycia naukowego*”, tłum. U. Niklas, Warszawa 2002.
- [3] W. Binienda: „*Analiza dynamiczna zniszczenia struktury samolotu Tu-154M w Smoleńsku 10 kwietnia 2010 roku*”, Materiały Konferencyjne I Konferencji Smoleńskiej, 22 października 2012 r., s. 147.
- [4] H. Günther: „*Spektroskopia magnetycznego rezonansu jądrowego*”, PWN 1983.
- [5] J. C. Russ: „*Fundamentals of Energy Dispersive X-ray Analysis*”, Butterworths. London 1984.
- [6] K. Janssens, F. Adams and A. Rindby: „*Microscopic X-Ray Fluorescence Analysis*”, Wiley, Chicester, 2000
- [7] R. A.W. Johnston and M. E. Rose: „*Spektrometria mas*”, tłum. K. Bał, PWN 2001.
- [8] <http://www.microscopyu.com/articles/phasecontrast/phasemicroscopy.html>
- [9] <http://www.microscopyu.com/articles/polarized/polarizedintro.html>
- [10] <http://www.microscopyu.com/articles/dic/reflecteddic.html>
- [11] <http://www.microscopyu.com/articles/confocal/confocalintrobasics.html>
- [12] <http://www.microscopyu.com/articles/fluorescence/fluorescenceintro.html>
- [13] D. B. Williams and C. B. Carter: „*Transmission Electron Microscopy. A textbook for Materials Science*”, Plenum Press, New York, USA, 1996.
- [14] J. Goldstein et al: „*Scanning electron microscopy and x-ray microanalysis*”, Kluwer Academic/Plenum Publishers 2003.
- [15] G. Haugstad: „*Atomic Force Microscopy: Understanding Basic Modes and Advanced Applications*”, Wiley 2012.
- [16] B. E. Warren, „*X-Ray Diffraction*”, Addison – Wesley, Reading, Massachusetts, 1969
- [17] Z. Bojarski, E. Łągiewka: „*Rentgenowska analiza strukturalna*”, PWN, Warszawa 1988.